

TECHLAB S.a.r.l.

4C La Tannerie
BP 30 055
57 072 – METZ CEDEX 3 – France
Tél : +33 (0) 3 87 75 54 29 – Fax : + 33 (0) 3 87 36 23 90
Internet : www.techlab.fr - e.mail : techlab@techlab.fr

Bureau de Normalisation des Liants Hydrauliques

7, place de la Défense
92974 Paris la Défense Cedex - France
Tél. : +33 (0)1 55 23 01 42 – Fax : +33 (0)1 49 67 10 46
E-mail : a.bonnet@atilh.fr

Certificat d'analyses

Matériau de référence TL-202C
Ciment Composé
(CEM V/A 32,5 N)

I – Données Générales

Le tableau suivant reprend l'ensemble des résultats obtenus dans les 11 laboratoires ayant participé aux essais inter laboratoires. Chaque valeur (teneur en masse en %) est la moyenne de 2 essais :

Laboratoire	PF	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Chlorure	Sulfure	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅
1	1,3	29,63	10,15	3,27	45,35	4,40	3,38	0,01	0,226	0,38	1,06	0,51	0,25
2		29,57	9,96	3,29	45,08	4,55	3,17	0,012	0,175	0,23	1,08	0,53	0,27
3	1,42	30,02	10,24	3,43	45,18	4,54	3,17	0,01		0,24	1,07	0,52	0,26
4	1,53	29,36	10,05	3,33	45,09	4,60	2,95	0,02	0,2	0,27	1,11		
5	1,39	29,27	9,96	3,29	45,25	4,48	3,26	0,01	0,2	0,22	1,04		
6	1,83	29,56	10,12	3,29	44,73	4,48	3,54	0,011	0,225	0,23	0,89		
7	1,36	29,70	10,05	3,21	45,13	4,45	3,01	0,01	0,19	0,30	1,10		
8	1,71	29,26	10,28	2,91	45,55	4,13	2,98	0,005	0,175	0,77	1,10		
9	1,40	30,53	10,65	3,31	44,50	4,60	3,52	0,03		0,27	1,03		
10	1,40	29,68*	10,09*	3,26*	45,11*	4,39*	2,97		0,225	0,35*	1,01*		
11	1,77*	29,21*	10,04*	3,36*	45,40*	4,46*	2,98*		0,2*	0,26*	1,04*	0,49*	0,27*
Moyenne M	1,51	29,61	10,14	3,27	45,12	4,46	3,17	0,01	0,20	0,32	1,05	0,51	0,26
Ecart-type s	0,19	0,39	0,20	0,13	0,30	0,13	0,22	0,01	0,02	0,16	0,06	0,02	0,01

* Valeur ne correspondant qu'à un essai

Tableau I – données individuelles de chaque laboratoire participant

II – Valeurs certifiées

	PF	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Chlorure	Sulfure	Na ₂ O	K ₂ O
Valeur ¹	1,51	29,61	10,14	3,27	45,12	4,46	3,17	0,01	0,20	0,32	1,05
Incertitude ²	0,14	0,26	0,13	0,09	0,20	0,09	0,15	0,01	0,02	0,11	0,04

¹ meilleure estimation tirée de la moyenne des résultats d'essais inter laboratoires

² l'incertitude est représentée par la moitié de l'intervalle de confiance à 95 %. Elle vaut $(t_{\alpha s})/\sqrt{n}$ où t est la valeur de Student pour $(n-1)$ degré de liberté, n le nombre de valeurs exploitables et s l'écart type.

L'analyse statistique de ces essais Inter Laboratoire a été réalisée avec l'assistance de l'ATILH. L'élimination des valeurs aberrantes est effectuée au niveau 98 % par le test de Student. Une réitération est fixée à ce seuil, afin de ne garder que les valeurs rattachées à la distribution « Normale ou Gaussienne » et entièrement définie par les deux paramètres : moyenne et écart type.

III – Participation aux essais - Traçabilité

Une campagne d'essais Inter laboratoires a été organisée, y ont participé des laboratoires de l'Industrie Cimentière en France et en Europe ainsi que des laboratoires utilisateurs de ciment.

Les 11 laboratoires ayant participé aux essais croisés sont :

- CTG Italcementi rue des Technodes, 78931 Guerville Cedex France
- Lafarge Centre Recherche, 95 rue du Montmurier, 38291 St Quentin Fallavier Cedex France
- LERM, 23 rue de la Madeleine, BP 60136, 13631 Arles Cedex France
- CTG Italcementi , via G Camozzi 124, 24121 Bergamo, Italie
- Ceprochim, 6 blvd Preciziei code 062203, 6 Bucharest, Roumanie
- EKET , K Pateli 19, 141 23 Lycovryssi, Attica, Grèce
- Fluxana , sommerdeich 22, 47533 Kleve, Allemagne
- Oddzial MineralnychMaterialow,Budowlanych w Krakowie, 31983 Krakow, ul Cementowa 1, Pologne
- TFB, 10 liedenstrabe, 5103 Wildegg, Suisse
- Université Paul Verlaine, LEM UMR CNRS 7555, 1 bd Arago Metz technopole CP 87811, 57078 Metz Cedex 3 France
- Vicat, Centre Technique LC, BP 36, 38081 L'Isle d'Abeau Cedex France

IV - Méthodes d'essai utilisées

La méthode d'essai la plus utilisée est la méthode par fluorescence des rayons X (ISO 29581-2) sur perle. D'autres méthodes ont été utilisées par certains laboratoires comme suit :

- La mesure de silice, alumine, oxyde de fer, oxyde de calcium et oxyde de magnésium ; les laboratoires 1, 2, 3, 4, 5, 6, 9 et 11 ont utilisé la méthode par fluorescence X sur perle; les laboratoires 7 et 8 par la méthode chimique EN 196-2; le laboratoire 10 par la méthode ICP.
- La mesure de l'anhydride sulfurique (SO₃) ; les laboratoires 1, 3, 5, 6, 9 et 11 ont utilisé la méthode par fluorescence X sur perle; les laboratoires 4, 7, 8 et 10 par la méthode chimique EN 196-2 ; le laboratoire 2 par l'analyseur C/S (diminué des sulfures).
- La mesure de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium ; les laboratoires 1, 2, 3, 4, 5, 6, 9 et 11 ont utilisé la méthode par fluorescence X sur perle; les laboratoires 7, 8 et 10 par la méthode chimique EN 196-2.
- La perte au feu a été mesurée pour les 11 laboratoires par la méthode chimique EN 196-2.
- La mesure de l'oxyde de titane et du pentoxyde de phosphore ; les laboratoires 1, 2, 3 et 11 ont utilisé ont utilisé la méthode par fluorescence X sur perle.
- La mesure des chlorures ; les laboratoires 2, 5 et 9 ont utilisés la méthode par fluorescence X sur pastille ; les laboratoires 4, 6, 7, 8, 10 et 11 par la méthode chimique EN 196-2 ; le laboratoire 1 par la méthode EN 196-21 argentimétrie potentiométrique.
- La mesure des sulfures ; les laboratoires 1, 2, 5, 7, 8, 10 et 11 ont utilisés la méthode chimique EN 196-2 ; le laboratoire 9 par la méthode par fluorescence X sur pastille ; le laboratoire 4 par une méthode dérivée de la EN 196-21 avec une double détermination sur l'échantillon tel qu'il est et après calcination.

V – Homogénéité

Le lot de ciment utilisé pour cette campagne provient de la production courante d'une cimenterie. Il a été homogénéisé (mélangeur Lödige) puis réparti dans 10 fûts étanches et contenant chacun un sachet déshydratant. L'analyse statistique des mesures de granulométries laser et de perte au feu non corrigée des sulfures (EN 196-2), réalisée sur des échantillons prélevés sur chacun des 10 fûts, confirme son homogénéité (écart type de 0,018 sur la perte au feu – écart type de 0,49 sur la granulométrie à la maille de 8 micromètres).

VI – Conditionnement des échantillons – Usage

L'échantillon de ce matériau de référence est conditionné en flacon de verre de 40 g fermé par un bouchon vissé, étanche et sécurisé. Les propriétés physico-chimiques de l'échantillon sont stables tant que le flacon reste fermé et le bouchon inviolé. Après l'ouverture du flacon les conditions locales de conservation de l'échantillon (salle à faible hygrométrie, maintien dans un dessiccateur, fermeture immédiate du flacon après usage) permettront sa réutilisation éventuelle. Ces échantillons sont destinés à la validation de résultats d'analyse chimique des ciments par la méthode de fluorescence des rayons X.